



⑬ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 198 16 886 A 1**

⑤ Int. Cl.<sup>6</sup>:  
**C 08 F 2/00**  
C 08 F 220/18  
C 08 F 212/08

⑲ Aktenzeichen: 198 16 886.1  
⑳ Anmeldetag: 17. 4. 98  
㉓ Offenlegungstag: 21. 10. 99

DE 198 16 886 A 1

⑦① Anmelder:

Aventis Research & Technologies GmbH & Co KG,  
65929 Frankfurt, DE

⑦② Erfinder:

Pysall, Detlev, Dipl.-Ing., 63303 Dreieich, DE;  
Wachsen, Olaf, Dr., 65929 Frankfurt, DE; Bayer,  
Thomas, Dr., 65812 Bad Soden, DE; Wulf, Stefan,  
Dr., 41066 Mönchengladbach, DE

⑤⑥ Entgegenhaltungen:

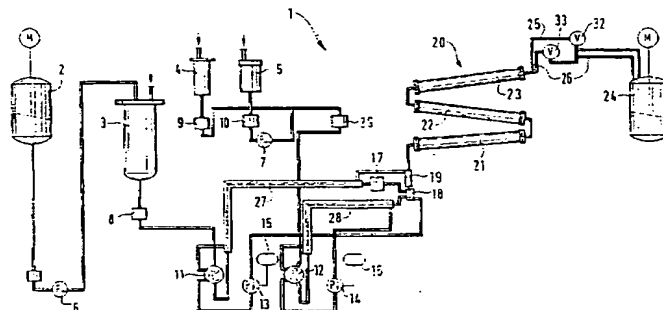
EP 7 49 987

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤④ Verfahren und Vorrichtung zur kontinuierlichen Herstellung von Polymerisaten

⑤⑦ Es werden zwei Reaktionspartner (Edukte) in getrennten Vorlagebehältern 2, 3, 4 und 5 bevorratet und mittels Regel- und Dosiereinrichtungen 6, 7, bei denen es sich um Dosierpumpen handeln kann, mit Überdruck über beheizte Wärmetauscher 11, 12 in einen Mikromischer 18 gefördert. In den Wärmetauschern 11, 12 werden die Edukte jeweils getrennt soweit erwärmt, daß beim Mischvorgang im Mikromischer 18 sofort die erforderliche Reaktionstemperatur erreicht wird. Die Polymerisation erfolgt in einem nachgeschalteten Rohrreaktor 20, der aus in Reihe geschalteten Rohren 21, 22, 23 besteht.



DE 198 16 886 A 1

## Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Vorrichtung zur kontinuierlichen Herstellung von Polymerisaten, bei dem mindestens zwei Reaktionspartner (Edukte) durch einen Mikromischer hindurch und zusammengeführt sowie miteinander vermischt werden.

Bei den Reaktionspartnern handelt es sich beispielsweise um ein oder mehrere flüssige oder gelöste Monomere und einen oder mehrere Initiatoren.

Aus der DE-A 19 41 266 ist ein Verfahren zur Durchführung chemischer Reaktionen zwischen gasförmigen und/oder flüssigen Reaktionspartnern bekannt, bei dem mindestens zwei Reaktionspartner durch eine ihnen jeweils zugeordnete Schar von Mikrokanälen in räumlich getrennte Mikroströme aufgeteilt werden, die anschließend in einen gemeinsamen Misch- und Reaktionsraum austreten. Die Mikroströme treten in Gestalt von Fluidlamellen der Edukte aus den Mikrokanälen mit für das jeweilige Edukt gleichen Strömungsgeschwindigkeiten in den Misch-/Reaktionsraum aus. Jede Fluidlamelle eines Edukts ist unmittelbar benachbart zu einer Fluidlamelle eines anderen Edukts in den Misch- und Reaktionsraum geführt, wobei sich die benachbarten Fluidlamellen durch Diffusion und/oder Turbulenz miteinander vermischen.

Für die Durchmischung wird ein sogenannter Mikrostruktur-Lamellenmischer mit wenigstens einer Mischkammer und einem vorgeschalteten Führungsbauteil für die Zufuhr der zu mischenden Fluiden zu der Mischkammer verwendet. Das Führungsbauteil kann aus mehreren plattenartigen, übereinander geschichteten Elementen zusammengesetzt sein, die von schräg bzw. quer zur Längsachse des Mikromischers verlaufenden Kanälen durchzogen sind. Die Kanäle benachbarter Elemente kreuzen sich berührungslos und münden in die Mischkammer aus. Eine weitere Möglichkeit der Konstruktion eines Mikromischers besteht in einer parallelen Anordnung von Kanälen. Die zu mischenden Fluide strömen aus entgegengesetzten Richtungen in den Mischer ein und treten gemischt senkrecht dazu in die Mischkammer aus. Durch den Mischer werden die Reaktionspartner innig miteinander in Kontakt gebracht, d. h. gut miteinander vermischt. Wie aus dem genannten Dokument hervorgeht, hängt die Güte der Vermischung und der Einfluß des Mischorgans auf die Ausbeute an erwünschtem Produkt in großem Maße vom Verhältnis der durch die Reaktionskinetik gegebenen chemischen Reaktionsgeschwindigkeiten zur Mischgeschwindigkeit ab. Bei chemisch langsamen Reaktionen laufen diese in der Regel wesentlich langsamer als die Vermischung ab. Liegen die chemischen Reaktionsgeschwindigkeiten und die Vermischungsgeschwindigkeit in der gleichen Größenordnung, so treten komplexe Wechselwirkungen zwischen den Kinetiken der Reaktionen und dem lokalen, durch die Turbulenz bestimmten Vermischungsverhalten im verwendeten Reaktor und im Mischorgan, bei dem es sich im allgemeinen um einen Mikromischer handelt, auf. Sind die chemischen Reaktionsgeschwindigkeiten wesentlich schneller als die Mischgeschwindigkeit, so werden die Reaktionsgeschwindigkeiten und die Ausbeuten im wesentlichen durch die Vermischung, d. h. durch das lokale, zeitabhängige Geschwindigkeits- und Konzentrationsfeld der Reaktionspartner bestimmt.

Im Stand der Technik ist es üblich, zur Durchführung schneller Reaktionen eine Anzahl von Mischorganen bzw. Mixchern einzusetzen. Dabei wird zwischen dynamischen Mixchern wie beispielsweise Rührern, Turbinen oder Rotor-Stator-Systemen und statischen Mixchern wie z. B. Kenics-Mischern, SMV-Mischern und Strahlmischern unterschieden.

Auf dem Gebiet der Lösungspolymerisation von Monomeren auf Acrylatbasis, mit oder ohne Zusätze, findet üblicherweise eine Batch- oder Semibatch-Technologie Anwendung, die aufgrund der diskontinuierlich hergestellten Polymere eine gleichbleibende Produktqualität nicht gewährleisten kann. Der Übergang von der bekannten Batch- bzw. Semibatch-Technologie zu einer kontinuierlichen Produktion von Lösungspolymeren bringt insofern Probleme mit sich, als derartige Polymere bei hohen Molekulargewichten unlöslich im Lösungsmittel werden können. Im Fall eines als Lösungspolymerisat definierten Polymeren handelt es sich um einen geringen hochmolekularen Anteil des Polymers an der Molmassenverteilung. Dieser hochmolekulare Anteil kann unter anderem durch eine anfänglich schlechte Durchmischung von Monomeren und Initiator entstehen, da ein örtlicher Überschuss an Initiator zur Bildung von Makromolekülen mit sehr hohem Polymerisationsgrad führen kann, die bekannterweise im Fall der radikalischen Polymerisation innerhalb einer Zeit von kleiner als einer Sekunde entstehen. Diese hochmolekularen Anteile führen zu einer deutlichen Verbreiterung der Molmassenverteilung bis hin zu bimodalen Molmasseverteilungen. Als Folge hiervon entstehen unerwünschte Beläge im Reaktorsystem. Das Ausfallen der unlöslichen Moleküle aus der Lösung wird bekannterweise durch Festkörperoberflächen, wie Reaktorwände, Einbauten etc. begünstigt. In Rohrreaktoren, die oftmals zur Intensivierung der Mischvorgänge und des Wärmeübergangs mit statischen Mixchern ausgestattet sind, liegt ein großes und damit ungünstiges Oberflächen-Volumen-Verhältnis vor. Hierdurch muß im Vergleich zu einem Batch-Rührkesselreaktor mit vergleichbarer Kapazität von einer größeren Wahrscheinlichkeit der Belagsbildung im Reaktorsystem ausgegangen werden, was im Fall des kontinuierlich betriebenen Rohrreaktors zu einer Verstopfung des Systems führen kann und einen Dauerbetrieb ausschließt. Die im allgemeinen geringen Polymermengen mit hohen Molmassen im Produktgemisch können ausreichen, um einen Rohrreaktor zuzusetzen, da der Prozeß über sehr lange Zeiten betrieben wird. Liegt im Fall des Rohrreaktors am Reaktor Anfang bei der Dosierung eine schlechte Homogenisierung des Reaktionsgemisches über eine systemabhängige Mischstrecke vor, kann es besonders in diesem Bereich zu einer intensiven Belagsbildung kommen.

Bei den Monomeren auf Acrylatbasis kann es sich beispielsweise um Copolymere handeln, wie sie in der DE-A 40 27 594 beschrieben sind. Diese Copolymerisate basieren potentiell auf Alkyl- und funktionalisierten Alkylestern von  $\alpha,\beta$ -ethylenisch ungesättigten Carbonsäuren und gegebenenfalls copolymerisierbaren Vinylmonomeren. Ein weiteres Monomeres ist beispielsweise Styrol.

Ausgehend von dem voran beschriebenen Stand der Technik besteht die Aufgabe der Erfindung darin, ein Verfahren und eine Vorrichtung für eine kontinuierliche Produktion von Lösungspolymerisaten bereit zu stellen, bei dem eine Verstopfung bzw. Belegung des Reaktorsystems weitgehend vermieden wird und die Vorrichtung über längere Zeiträume ohne Unterbrechung betrieben werden kann.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß durch ein Verfahren der eingangs beschriebenen Art in der Weise gelöst, daß die Edukte vor dem Eintreten in den Mikromischer soweit vorgewärmt werden, daß sie eine erforderliche Reaktionstemperatur sofort nach dem Eintritt in den Mikromischer erreichen, in welchen sie durch Diffusion und/oder Turbulenz in einer Weise vermischt werden, daß eine Bildung von bimodalen Molmassenverteilungen oder hochmolekularen Anteilen unterbleibt und daß eine Polymerisation der Monomeren-Reaktionspartner in einem dem Mikromischer nachgeschalteten Rohrreaktor stattfindet.

In Ausgestaltung des Verfahrens wird das eine Edukt aus Monomeren auf Acrylatbasis mit einem Styrolzusatz sowie einem Lösungsmittel durch einen ersten beheizten Wärmetauscher hindurchgeführt. Wahlweise durchströmt das eine Edukt aus Monomeren auf Acrylatbasis, jedoch ohne Styrol-Zusatz, und mit einem Lösungsmittel einen ersten beheizten Wärmetauscher.

Weiterhin wird das andere Edukt aus einem radikalischen Initiator und gegebenenfalls einem Lösungsmittel durch einen zweiten beheizten Wärmetauscher hindurchgeleitet.

In Ausführung des Verfahrens wird das Edukt aus Monomeren-Lösungsmittel und das Edukt aus Initiator-Lösungsmittel in einem Mischungsverhältnis von 1 : 1 bis 10 : 1, insbesondere von 9 : 1 in den Mikromischer eingespeist.

Die Vorrichtung zur kontinuierlichen Herstellung von Polymerisaten, mit Vorlagebehältern für die Reaktionspartner, Dosier- und Regeleinrichtungen, Filter und mit oder ohne Vormischer zeichnet sich dadurch aus, daß sowohl den Vorlagebehältern für das Edukt aus Monomeren und gegebenenfalls Lösungsmittel als auch den Vorlagebehältern für das Edukt aus Initiator und gegebenenfalls Lösungsmittel je ein beheizter Wärmetauscher nachgeschaltet ist, daß jeder der beiden Wärmetauscher über Leitungen mit dem Mikromischer verbunden ist und daß der Mikromischer an einen Rohrreaktor angeschlossen ist, der mit einem Austragsbehälter für die Lösungspolymeren in Verbindung steht.

Die weitere Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung ergibt sich aus den Merkmalen der Patentansprüche 8 bis 15.

Bei der Erfindung wird, um eine Verbesserung der Vermischung zu erreichen, ein Mikromischer eingesetzt. In diesem werden die zwei zu vermischenden Eduktströme über sehr feine lamellenartige Kanäle derart zusammengeführt, daß bereits beim Aufeinandertreffen der Ströme eine Vermischung der Edukte im Mikro-Bereich vorliegt. Konstruktionsbedingt sind in einem derartigen Mikromischer extrem kleine Kanäle vorhanden, die zu einem extrem hohen Oberflächen-Volumen-Verhältnis führen, wodurch die Wahrscheinlichkeit der Belagsbildung im Mischsystem und daraus folgend die Wahrscheinlichkeit der Verstopfung des Mischers stark ansteigen sollte. Überraschenderweise kann jedoch durch die sehr gute Vermischung der Edukte die Bildung eines hochmolekularen Anteils vermieden werden, so daß keine unlöslichen hochmolekularen Anteile in der Molmassenverteilung gebildet werden und trotz des extrem großen Oberflächen-Volumen-Verhältnisses keine Belagsbildung im Reaktorsystem auftritt.

Die Erfindung wird im folgenden anhand der Zeichnungen näher erläutert. Es zeigen:

Fig. 1 ein Fließschema für eine Vorrichtung zur Durchführung chemischer Reaktionen nach der Erfindung.

Fig. 2 eine Draufsicht auf einen in der erfindungsgemäßen Vorrichtung eingesetzten Mikromischer als Beispiel.

Fig. 3 eine Draufsicht auf eine Mischeinheit des Mikromischers mit einer Anzahl von Kanälen auf jeder Zuführungsseite, und

Fig. 4a und 4b die Molmassenverteilung von Lösungspolymeren, die ohne Einsatz bzw. mit Einsatz eines Mikromischers hergestellt wurden

Fig. 1 zeigt das Fließschema einer Vorrichtung 1 bzw. einer Anlage zur Herstellung von Lösungspolymeren. Ausgangsstoffe sind ein Monomeren-Lösungsmittel-Gemisch, das in Vorlagebehälter 2 und 3 bevorratet ist und ein Initiator-Lösungsmittel-Gemisch, das in Vorlagebehälter 4 und 5 enthalten ist. Der Vorlagebehälter 2 enthält einen Rührmischer, dessen Rührer von einem Motor M in Drehung versetzt wird. Über eine Dosier- und Regeleinrichtung 6 ist der Vorlagebehälter 2 mit dem Vorlagebehälter 3 verbunden, der

ebenso wie der Vorlagebehälter 4 in nichtgezeigter Weise beispielsweise mit Stickstoff beaufschlagt werden kann. Das Monomeren-Lösungsmittel-Gemisch strömt von dem Vorlagebehälter 3 über eine Leitung, in der ein Filter 8 eingebaute ist, das eventuelle Verunreinigungen aus dem Gemisch herausfiltert, in einen beheizten Wärmetauscher 11 und von diesen über eine beheizte Leitung 27 und einen Filter 17 in einen Mikromischer 18. Bei dem Mikromischer 18 handelt es sich um auf dem Markt erhältliche Mikromischer unterschiedlicher Ausführungsformen.

Von dem Vorlagebehälter 4 wird das Initiator-Lösungsmittel-Gemisch über Filter 9 und 29 durch einen beheizten Wärmetauscher 12 hindurchgeleitet. Der weitere Vorlagebehälter 5 für das Initiator-Lösungsmittel-Gemisch ist über einen Filter 10, eine Dosier- und Regeleinrichtung 7 mit der Leitung verbunden, in der die Filter 9 und 29 angeordnet sind. Der Wärmetauscher 12 ist über eine beheizte Leitung 28 gleichfalls mit dem Mikromischer 18 verbunden. Für das Heizmedium zum Beheizen der Leitung 27 ist ein geschlossener Kreislauf vorgesehen, in dem am Ausgang der Leitung 27 das Heizmedium abgenommen und über einen Vormischer 19, den Mikromischer 18 und eine Dosier- und Regeleinrichtung 13 an den Anfang der Leitung 27 zurückgeführt wird. Eine Heizeinrichtung 15 erwärmt dabei das durch den geschlossenen Kreislauf hindurchströmende Heizmedium. In ähnlicher Weise erfolgt die Beheizung der Leitung 28, in dem am Ende der Leitung 28 das Heizmedium über eine Dosier- und Regeleinrichtung 14 an den Anfang der Leitung 28 zurückgeführt wird. Das Heizmedium in diesem geschlossenen Kreislauf wird durch eine Heizeinrichtung 16 erwärmt. Die Wärmetauscher 11, 12 sind auf eine Temperatur von unterhalb der Reaktionstemperatur bis auf Reaktionstemperatur vorgewärmt. Beispielsweise liegt diese Temperatur im Bereich von 50° bis 180 C.

Dem Mikromischer 18, der noch anhand von den Fig. 2 und 3 näher beschrieben werden wird, ist der Vormischer 19 nachgeschaltet, jedoch kann der Vormischer gegebenenfalls auch entfallen. Daran schließt ein Rohrreaktor 20 an, der z. B. aus drei getrennt beheizbaren Rohren 21, 22 und 23 besteht, von denen beispielsweise jedes eine Länge von 1 m hat. Die beheizten Rohre 21, 22, 23 sind vollständig mit Mischern bestückt, wobei in den Rohren 21 und 22 sich beispielsweise Kenics-Mischer und im Rohr 23 Sulzer SMX-Mischer befinden. Die Rohre 21, 22, 23 sind bevorzugt mit statischen Mixern ausgerüstet, jedoch ist es ebenso möglich die Rohre ohne Mischer arbeiten zu lassen. Die Rohre 21 und 22 haben beispielsweise einen Nenndurchmesser von 10 mm, während das Rohr 23 einen Nenndurchmesser von 20 mm besitzt. Die Nenndurchmesser der Rohre des Rohrreaktors 20 sind frei wählbar und bestimmen sich nach dem gewünschten Durchsatz an Lösungspolymeren. Als Vormischer 19 ist beispielsweise gleichfalls ein Sulzer SMX-Mischer vorgesehen, der einen Nenndurchmesser von 5 mm haben kann. Bei den angegebenen Rohrdurchmessern beträgt das Gesamtvolumen der drei Rohre 21, 22, und 23 des Rohrreaktors 20 etwa 0.5 l.

Anstelle des Rohrreaktors 20 besteht auch die Möglichkeit, daß in der Nachreaktionsstrecke andere Reaktoren verwendet werden, die beispielsweise beheizte Mischer enthalten.

Das Monomeren-Lösungsmittel-Gemisch und das Initiator-Lösungsmittel-Gemisch werden in einem definierten Mischungsverhältnis von 1 : 1 bis 10 : 1, insbesondere von 9 : 1 in den Mikromischer eingespeist. Diese beiden Reaktionspartner, auch als Edukte bezeichnet, werden durch den Mikromischer hindurchgeführt und in einem Misch- und Reaktionsraum des Mikromischers zusammengeführt. Durch die vorgeschalteten temperierten Wärmetauscher 11

und 12 werden die beiden Edukte soweit erwärmt, daß beim Mischvorgang im Mikromischer 18 sofort die erforderliche Reaktionstemperatur von beispielsweise 60° bis 180°C erreicht wird. Die Reaktionstemperatur hängt von den jeweiligen Reaktionspartnern ab und ist nicht auf den voranstehenden Bereich beschränkt. Die Polymerisation der beiden Reaktionspartner erfolgt im nachgeschalteten Rohrreaktor 20. Die Einstellung der Molmassen, des Umsatzes und der Viskosität bei einem vorgegebenen Monomer-Gemisch erfolgt über den jeweiligen Initiator bzw. dessen Konzentration sowie über die Temperierung der Rohrreaktorstrecke und der Verweilzeit der Reaktionspartner im Rohrreaktor 20.

Der eine Reaktionspartner ist beispielsweise ein Edukt aus Monomeren auf Acrylatbasis, mit oder ohne Styrol-Zusatz, sowie einem Lösungsmittel. Der andere Reaktionspartner besteht aus einem oder mehreren radikalischen Initiatoren und einem Lösungsmittel.

Der Rohrreaktor 20 ist über Austragsleitungen 25 und 26 mit einem Austragsbehälter 24 für die Lösungspolymeren verbunden. In den Austragsleitungen 25, 26 ist je ein Regelventil 32, 33 angeordnet, mittels dem der Betriebsdruck in dem Rohrreaktor 20 steuerbar ist. Mit Hilfe der Regelventile 32, 33 wird der Betriebsdruck in der Reaktorstrecke nach dem Rohrreaktor 20 beispielsweise im Bereich von  $2 \times 10^5$  Pa bis  $5 \times 10^6$  Pa geregelt, um ein Sieden des Reaktionsgemisches im Rohrreaktor zu vermeiden. Die Austragsleitungen 25 und 26 sind gekühlt. Der Austragsbehälter 24 ist ein Rührbehälter, dessen Rührer von einem Motor M in Drehung versetzt wird.

In Fig. 2 ist eine perspektivische Draufsicht auf einen Mikromischer 18 gezeigt, bei dem es sich um einen an sich bekannten statischen Mikromischer handelt. Der Mikromischer 18 umfaßt eine Mikromischeranordnung mit einer Anzahl von Mischeinheiten 30, die sternförmig angeordnet sind. Die Anzahl von Kanälen 31, vgl. Fig. 3, pro Mischeinheit beträgt  $2 \times 16$  bis  $2 \times 18$ . In dem Mikromischer 18 werden die miteinander zu vermischenden Reaktionspartner bzw. Edukte über die lamellenartigen Kanäle 31 in einer Weise zusammengeführt, daß beim Auftreten der Reaktionsströme eine Vermischung der Edukte im Mikrobereich geschieht. Obwohl die Kanäle in dem Mikromischer 18 ein extrem hohes Oberflächen-Volumen-Verhältnis aufweisen, das üblicherweise die Wahrscheinlichkeit der Belagsbildung im Mischersystem und daraus folgend die Wahrscheinlichkeit der Verstopfung des Mikromischers 18 stark erhöht, wird durch die sehr gute Vermischung der Edukte die Bildung eines hochmolekularen Anteils in der Molmassenverteilung weitgehend vermieden. Es tritt somit trotz des extrem großen Oberflächen-Volumen-Verhältnisses keine Belagsbildung auf. Dies wird anhand der Fig. 4a und 4b noch im einzelnen erläutert.

Selbstverständlich kann auch ein Mikromischer anderer Konfiguration, der handelsüblich ist, verwendet werden.

In den beiden Fig. 4a und 4b sind die mittels Gelpermeationschromatographie aufgenommenen Molmassenverteilungen dargestellt, von denen Proben nach dem Rohrreaktor 20 bzw. aus dem Austragsbehälter 24 entnommen wurden. Die Kurven geben die normierte Häufigkeit  $W(\log M)$  über der Molmassen der Lösungspolymeren wieder. Das Lösungsmittel für die Monomeren bzw. den Initiator war jeweils Tetrahydrofuran, wobei die Polymerkonzentration zwischen 5.61 bis 5.64 g/l im Lösungsmittel betrug. Die UV-Signalkurve ist mit durchgezeichneter Linie dargestellt, während die RI-Signalkurve strichpunktiert ist, wobei RI der Refraktometerindex bzw. der Brechungsindex ist.

In Fig. 4a, die Lösungspolymeren betrifft, die ohne Einsatz des Mikromischers 18 hergestellt wurden, ist deutlich zu erkennen, daß bei einer Molmasse  $> 10^5$  g/mol ein hochmole-

kularer Anteil vorhanden ist. Ein Vergleich mit den Lösungspolymeren nach Fig. 4b, die unter Verwendung des Mikromischers 18 hergestellt wurden, zeigt, daß ein hochmolekularer Anteil mit einer Molmasse  $> 10^5$  g/mol in den Lösungspolymeren nicht vorhanden ist, so daß es im Mikromischer trotz des hohen Oberflächen-Volumen-Verhältnisses, ebenso im nachgeschalteten Rohrreaktor 20, praktisch zu keiner Belagsbildung kommt.

Die Reaktion wird im allgemeinen so geführt, daß sich bei der Polymerisation Verteilungsbreiten  $M_w/M_n$  entsprechend einer ideal durchmischten radikalischen Polymerisation einstellen, mit dem Zahlenmittel  $M_n$  und dem Gewichtsmittel  $M_w$  der Molmassenverteilung.

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung von Polymerisaten, bei dem mindestens zwei Reaktionspartner (Edukte) durch einen Mikromischer hindurch- und zusammengeführt sowie miteinander vermischt werden, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Edukte vor dem Eintritt in den Mikromischer (18) soweit vorgewärmt werden, daß sie eine erforderliche Reaktionstemperatur sofort nach dem Eintritt in den Mikromischer (18) erreichen, in welchen sie durch Diffusion und/oder Turbulenz miteinander in einer Weise vermischt werden, daß eine Bildung von bimodalen Molmassenverteilungen oder hochmolekularen Anteilen unterbleibt und daß eine Polymerisation der Monomeren-Reaktionspartner in einem dem Mikromischer nachgeschalteten Rohrreaktor (20) stattfindet.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Reaktion so geführt wird, daß sich bei den Polymerisaten Verteilungsbreiten  $M_w/M_n$  entsprechend einer ideal durchmischten radikalischen Polymerisation einstellen, mit dem Zahlenmittel  $M_n$  und dem Gewichtsmittel  $M_w$  der Molmassenverteilung.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das eine Edukt aus Monomeren auf Acrylatbasis mit einem Styrolzusatz sowie einem Lösungsmittel durch einen ersten beheizten Wärmetauscher (11) hindurchgeführt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das eine Edukt aus Monomeren auf Acrylatbasis, ohne Styrolzusatz, und mit einem Lösungsmittel einen ersten beheizten Wärmetauscher (11) durchströmt.
5. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das andere Edukt aus einem radikalischen Initiator und einem Lösungsmittel durch einen zweiten beheizten Wärmetauscher (12) hindurchgeleitet wird.
6. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Edukt aus Monomeren-Lösungsmittel und das Edukt aus Initiator-Lösungsmittel in einem Mischungsverhältnis von 1 : 1 bis 10 : 1, insbesondere von 9 : 1, in den Mikromischer eingespeist wird.
7. Vorrichtung zur kontinuierlichen Herstellung von Polymerisaten, mit Vorlagebehältern (2, 3; 4, 5) für die Reaktionspartner, Dosier- und Regeleinrichtungen (6, 7), Filter (8-10, 17, 29), und mit oder ohne Vormischer (19), **dadurch gekennzeichnet**, daß sowohl den Vorlagebehältern (2, 3) für das Edukt aus Monomeren-Lösungsmittel als auch den Vorlagebehältern (4, 5) für das Edukt aus Initiator-Lösungsmittel je ein beheizter Wärmetauscher (11; 12) nachgeschaltet ist, daß jeder der beiden Wärmetauscher über Leitungen (27, 28) mit dem Mikromischer (18) verbunden ist und daß der Mikromischer (18) an einen Rohrreaktor (20) angeschlossen ist, der mit einem Austragsbehälter (24) für die Lö-

sungspolymeren in Verbindung steht.

8. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Mikromischer (18) über einen Vormischer (19) an den Rohrreaktor (20) angeschlossen ist.

9. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Wärmetauscher (11; 12) auf eine Temperatur von unterhalb der Reaktionstemperatur bis auf Reaktionstemperatur vorgewärmt sind. 5

10. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Mikromischer (18) aus einer Mikromischer-Anordnung mit einer Anzahl von Mischeinheiten (30) besteht, die sternförmig angeordnet sind und daß die Anzahl der Kanäle (31) pro Mischeinheit  $2 \times 16$  bis  $2 \times 18$  beträgt. 10

11. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Austrag aus dem Rohrreaktor (20) in den Austragsbehälter (24) über gekühlte Austragsleitungen (25, 26) erfolgt. 15

12. Vorrichtung nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß der Austragsbehälter (24) ein Rührbehälter ist, dessen Rührer über einen Motor (M) drehbar ist. 20

13. Vorrichtung nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß der Rohrreaktor (20) aus mehreren Rohren (21, 22, 23) besteht, die getrennt beheizbar und in Reihe geschaltet sind. 25

14. Vorrichtung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß jedes der Rohre mit Mischern bestückt ist.

15. Vorrichtung nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß in den Austragsleitungen (25, 26) je ein Regelventil (32, 33) angeordnet ist, mittels dem der Betriebsdruck in dem Rohrreaktor (20) derart steuerbar ist, daß ein Sieden des Reaktionsgemisches im Rohrreaktor vermieden wird. 30

---

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

---

35

40

45

50

55

60

65

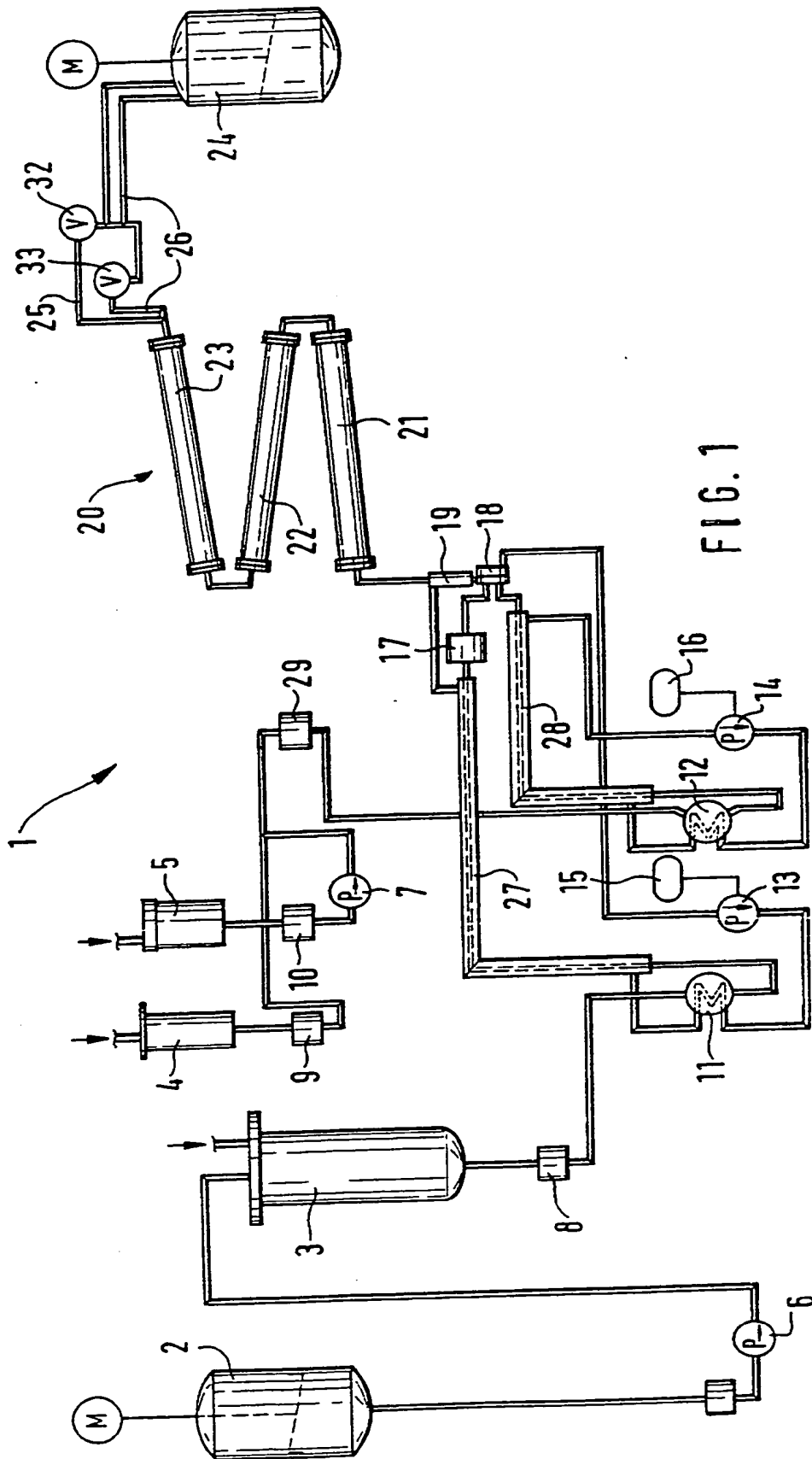


FIG. 1

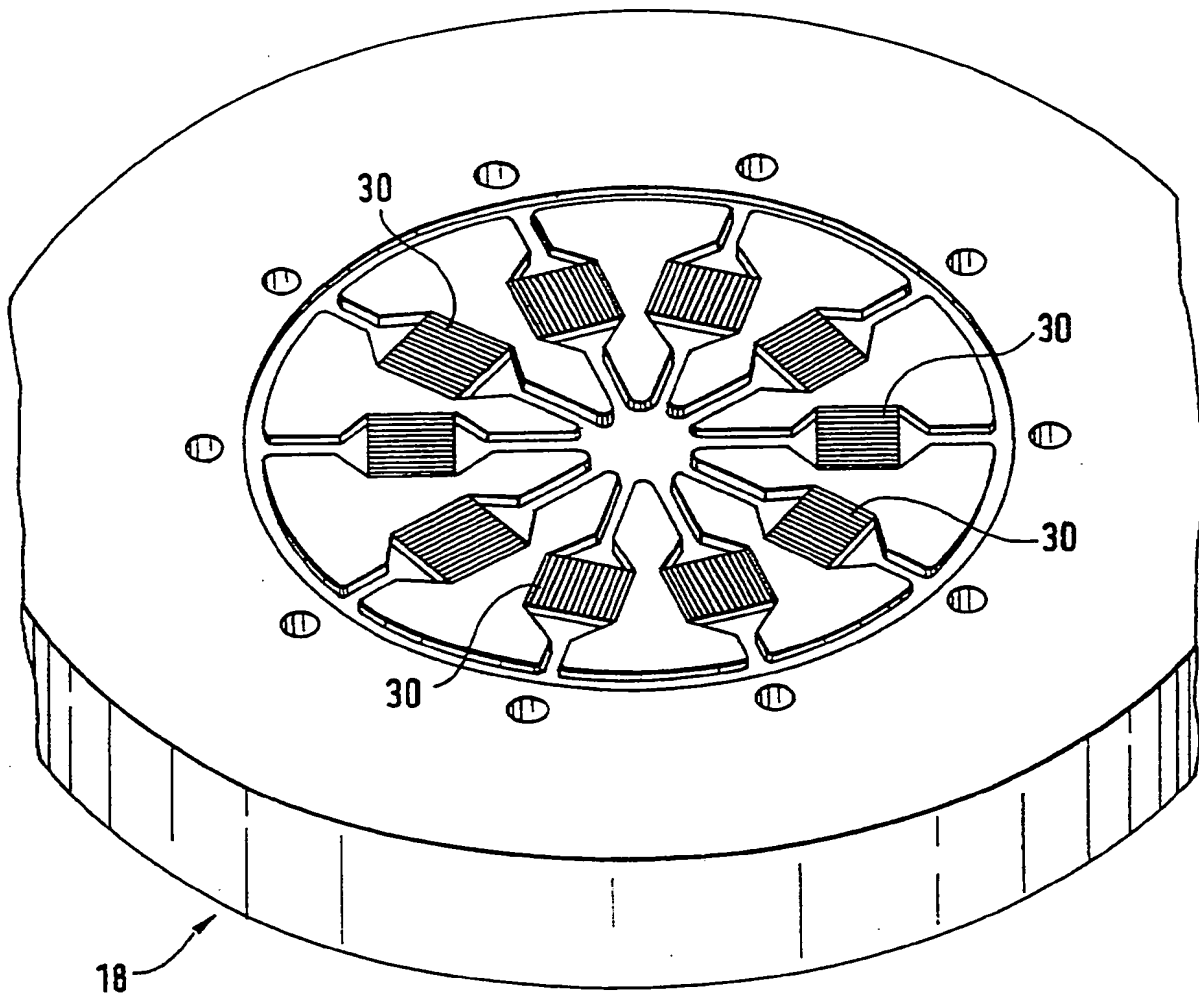


FIG. 2

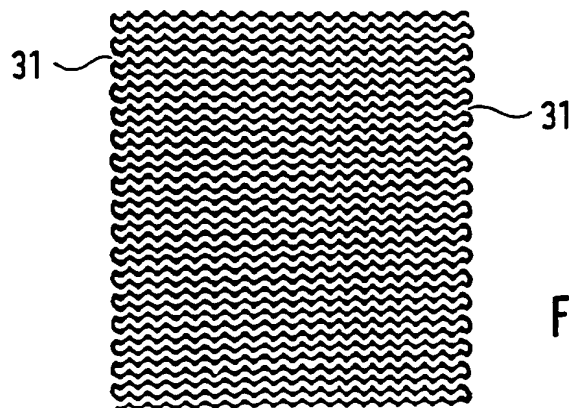


FIG. 3

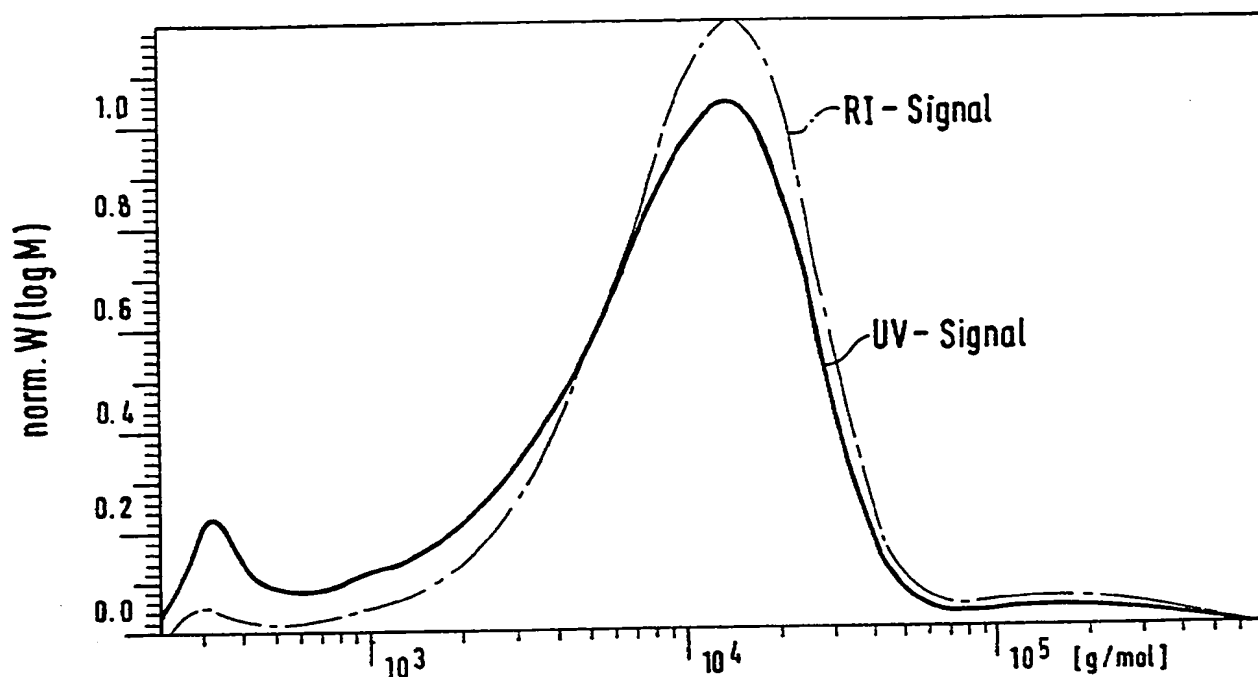


FIG. 4a

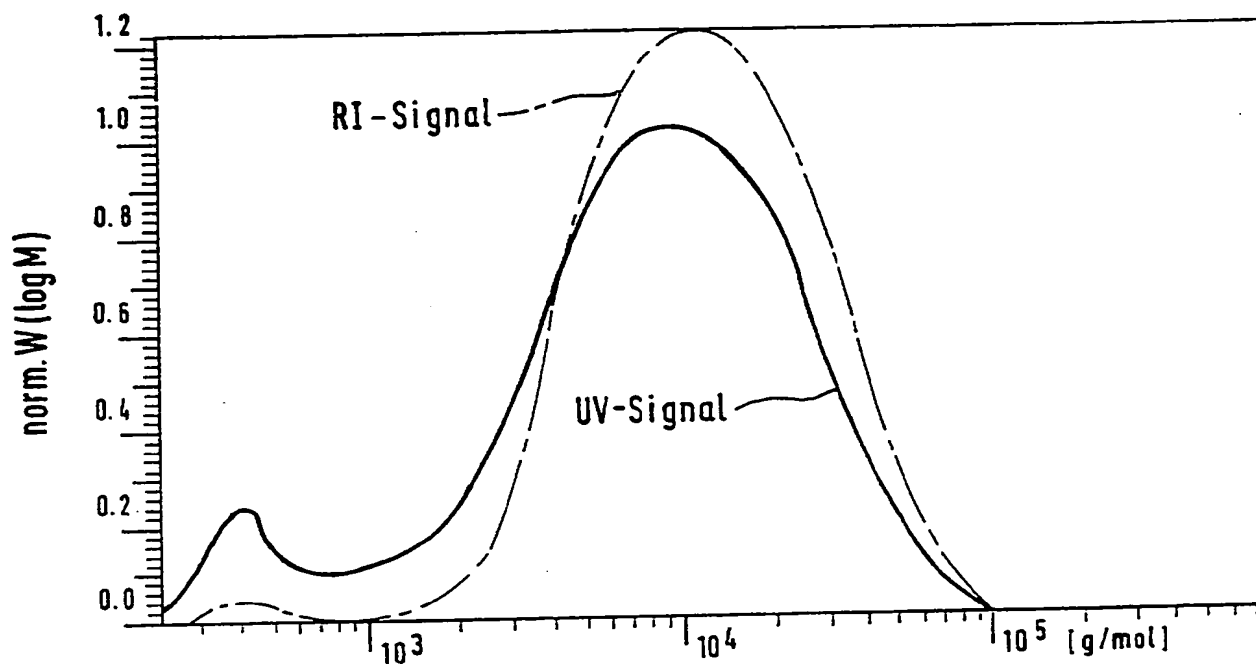


FIG. 4b